

| (51) Int. Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テマコード (参考) |
|----------------------------|------|------------|------------|
| C08F 2/01 | | C08F 2/00 | H |
| B01J 20/26 | | B01J 20/26 | D |
| 20/30 | | 20/30 | |
| C08G 85/00 | | C08G 85/00 | |

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全9頁)

| | | | |
|--------------|-----------------------|----------|--|
| (21) 出願番号 | 特願平11-135009 | (71) 出願人 | 000004628 株式会社日本触媒 大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号 |
| (22) 出願日 | 平成11年5月14日(1999.5.14) | (72) 発明者 | 矢野 昭人 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の 1 株式会社日本触媒内 |
| (31) 優先権主張番号 | 特願平10-133771 | (72) 発明者 | 田原 秀行 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の 1 株式会社日本触媒内 |
| (32) 優先日 | 平成10年5月15日(1998.5.15) | (74) 代理人 | 100072349 弁理士 八田 幹雄 (外3名) |
| (33) 優先権主張国 | 日本 (J P) | | |

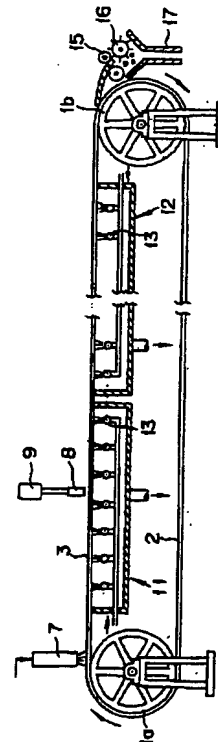
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 吸水性樹脂の製造装置

(57) 【要約】

【課題】 吸水倍率が大きく、かつ可溶分の少ない吸水性樹脂を高い生産性および良好な作業性で連続的に製造する装置を提供する。

【解決手段】 可動性無端回転支持ベルトと、単量体混合物供給装置と、吸水性樹脂含水ゲル状物排出装置とを有する吸水性樹脂製造装置であって、該可動性無端回転支持ベルトの両側部付近に該支持ベルトと共に移動する側部堰を有してなる吸水性樹脂の製造装置である。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 可動性無端回転支持ベルトと、単量体混合物供給装置と、吸水性樹脂含水ゲル状物排出装置とを有する吸水性樹脂製造装置であって、該可動性無端回転支持ベルトの両側部付近に該支持ベルトと共に移動する側部堰を有してなる吸水性樹脂の製造装置。

【請求項 2】 該側部堰は、該単量体混合物供給装置より走行方向上流から、該単量体混合物供給装置から該吸水性樹脂含水ゲル状物排出装置までの長さの少なくとも $1/10$ に相当する位置までの水平度が 5 mm 以内である請求項 1 に記載の吸水性樹脂の製造装置。

【請求項 3】 該側部堰は、該可動性無端回転支持ベルトの全周に亘って固着されてなる請求項 1 または 2 に記載の吸水性樹脂の製造装置。

【請求項 4】 該側部堰は、該単量体混合物供給装置より走行方向上流から、該単量体混合物供給装置から該吸水性樹脂含水ゲル状物排出装置までの長さの少なくとも $1/10$ に相当する位置まで設けられてなる請求項 1 ～ 3 のいずれか一つに記載の吸水性樹脂の製造装置。

【請求項 5】 該側部堰は、高さが $20 \sim 50\text{ mm}$ の範囲である請求項 1 ～ 4 のいずれか一つに記載の吸水性樹脂の製造装置。

【請求項 6】 該側部堰は、膨潤係数 10% 以下の材質が用いられてなる請求項 1 ～ 5 のいずれか一つに記載の吸水性樹脂の製造装置。

【請求項 7】 該側部堰は、中空式である請求項 1 ～ 6 のいずれか一つに記載の吸水性樹脂の製造装置。

【請求項 8】 該可動性無端回転支持ベルトの単量体混合物供給装置より走行方向上流に該ベルトの走行方向に対してほぼ直交する方向に該ベルトに摺接するように設けられた端部堰を有してなる請求項 1 ～ 7 のいずれか一つに記載の吸水性樹脂の製造装置。

【請求項 9】 該端部堰は、回転ロールである請求項 8 に記載の吸水性樹脂の製造装置。

【請求項 10】 該端部堰は、膨潤係数 10% 以下の材質が用いられてなる請求項 8 または 9 に記載の吸水性樹脂の製造装置。

【請求項 11】 該可動性無端回転支持ベルトは、単量体混合物供給装置付近で該ベルトの走行方向下流に向けて下り傾斜が形成されてなる請求項 1 ～ 10 のいずれか一つに記載の吸水性樹脂の製造装置。

【請求項 12】 該可動性無端回転支持ベルトの単量体混合物供給装置より走行方向下流に該ベルトの走行方向にほぼ直交する方向に該ベルトに摺接するように設けられた開閉自在な仮止堰を有してなる請求項 1 ～ 11 のいずれか一つに記載の吸水性樹脂の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、吸水性樹脂の製造装置に関するものである。詳しく述べると、吸水倍率が

大きく、かつ可溶分の少ない吸水性樹脂を生産性よく製造する装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 近年、自重の数十倍から数百倍の水を吸収する吸水性樹脂が開発され、生理用品や紙おむつ等の衛生材料分野をはじめとして農園芸用分野、鮮度保持等の食品分野、結露防止や保冷材等の産業分野等、吸水や保水を必要とする用途に種々の吸水性樹脂が使用されてきている。

【0003】 このような吸水性樹脂としては、例えば、デンプン-アクリルニトリルグラフト重合体の加水分解物（特公昭 49-43395 号）、デンプン-アクリル酸グラフト重合体の中和物（特開昭 51-125468 号）、酢酸ビニル-アクリル酸エステル共重合体のケン化物（特開昭 52-14689 号）、アクリロニトリル共重合体もしくはアクリルアミド共重合体の加水分解物（特公昭 53-15959 号）、またはこれらの架橋体、逆相懸濁重合によって得られた自己架橋型ポリアクリル酸ナトリウム（特開昭 53-46389 号）、ポリアクリル酸部分中和物架橋体（特開昭 55-84304 号）等が知られている。

【0004】 従来、吸水性樹脂を製造する方法としては、水溶液重合法などの技術が知られており、この例としては、特定容器内で親水性ビニル系単量体水溶液を断熱重合する方法（例えば、特開昭 55-108407 号公報等）、双腕ニーダー内で、攪拌により重合ゲルを碎断しながら重合する方法（例えば、特開昭 57-34101 号公報等）等を挙げることができる。

【0005】 また、液状反応成分を厚さ少なくとも 1 cm の層として可動性無端回転支持ベルト上に適用して重合させるものにおいて、該液状反応成分を該支持ベルトから連続的に形成される凹部に收容するとともに、該反応成分の重合中に該支持ベルトの凹部形状を延ばされた平坦なベルト形状に連続的に転化し、および生成したポリマーリボンゲルが該支持ベルトの曲げられた凹部形状を該延ばされた平坦なベルト形状に転化する際側部から該支持ベルトから形成された凹部の中心に向かって連続的に分離されることを特徴とする水溶性モノマーから重合体および共重合体を連続的に製造する方法および装置が提案されている（特開昭 62-156102 号公報）。

【0006】 しかしながら、このような装置を用いる場合には、凹部横断面が碗状形状となるために、供給される液状原料および生成する吸水性樹脂の断面形状も碗状形状となりその中央部と両端部とでは厚みが異なり、このため、例えば下面よりの冷却の速度が異なり均一な品質の吸水性樹脂は得られ難いという欠点があった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 したがって、本発明の目的は、均一な品質の吸水性樹脂の製造装置を提供する

ことにある。

【0008】本発明の他の目的は、吸水倍率が大きく、かつ可溶分の少ない吸水性樹脂を生産性よく製造する装置を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記諸目的は、下記

(1)～(12)により達成される。

(1) 可動性無端回転支持ベルトと、単量体混合物供給装置と、吸水性樹脂含水ゲル状物排出装置とを有する吸水性樹脂製造装置であって、該可動性無端回転支持ベルトの両側部付近に該支持ベルトと共に移動する側部堰を有してなる吸水性樹脂の製造装置。

(2) 該側部堰は、該単量体混合物供給装置より走行方向上流から、該単量体混合物供給装置から該吸水性樹脂含水ゲル状物排出装置までの長さの少なくとも1/10に相当する位置までの水平度が5mm以内である前記

(1)に記載の吸水性樹脂の製造装置。

(3) 該側部堰は、該可動性無端回転支持ベルトの全周に亘って固着されてなる前記(1)または(2)に記載の吸水性樹脂の製造装置。

(4) 該側部堰は、該単量体混合物供給装置より走行方向上流から、該単量体混合物供給装置から該吸水性樹脂含水ゲル状物排出装置までの長さの少なくとも1/10に相当する位置まで設けられてなる前記(1)～(3)のいずれか一つに記載の吸水性樹脂の製造装置。

(5) 該側部堰は、高さが20～50mmの範囲である前記(1)～(4)のいずれか一つに記載の吸水性樹脂の製造装置。

(6) 該側部堰は、膨潤係数10%以下の材質が用いられてなる前記(1)～(5)のいずれか一つに記載の吸水性樹脂の製造装置。

(7) 該側部堰は、中空式である前記(1)～(6)のいずれか一つに記載の吸水性樹脂の製造装置。

(8) 該可動性無端回転支持ベルトの単量体混合物供給装置より走行方向上流に該ベルトの走行方向に対してほぼ直交する方向に該ベルトに摺接するように設けられた端部堰を有してなる前記(1)～(7)のいずれか一つに記載の吸水性樹脂の製造装置。

(9) 該端部堰は、回転ロールである前記(8)に記載の吸水性樹脂の製造装置。

(10) 該端部堰は、膨潤係数10%以下の材質が用いられてなる前記(8)または(9)に記載の吸水性樹脂の製造装置。

(11) 該可動性無端回転支持ベルトは、単量体混合物供給装置付近で該ベルトの走行方向下流に向けて下り傾斜が形成されてなる前記(1)～(10)のいずれか一つに記載の吸水性樹脂の製造装置。

(12) 該可動性無端回転支持ベルトの単量体混合物供給装置より走行方向下流に該ベルトの走行方向にほぼ直

交する方向に該ベルトに摺接するように設けられた開閉自在な仮止堰を有してなる前記(1)～(11)のいずれか一つに記載の吸水性樹脂の製造装置。

【0010】

【発明の実施の形態】つぎに、図面を参照しつつ本発明の実施の形態を説明する。

【0011】図1は、本発明による吸水性樹脂の製造装置の概略図であり、また図2は、その可動部の概略を示す斜視図である。

【0012】すなわち、図1～2に示すように、該製造装置は、モータ等のような動力源に、必要により変速機等(いずれも図示せず)を介して連結された一端の回転体1aと、他端に設けられた他の回転体1bと、該回転体1aと1bの間に張設された可動性無端回転支持ベルト2とよりなるものであり、該支持ベルト上面の一端には単量体混合物供給装置が、他端には吸水性樹脂含水ゲル状物排出装置が配設されている。該可動性無端回転支持ベルト2の両側部付近には、該支持ベルトの走行方向に沿って全周に亘って該支持ベルトとともに移動する可撓性側部堰3が固着されている。

【0013】しかして、この可動性無端回転支持ベルト2は、吸水倍率が大きく、可溶分の少ない吸水性樹脂を製造するためには、水平であることが重要であり、特に支持ベルト2の該単量体混合物供給装置から吸水性樹脂含水ゲル状物排出装置に至る長さの少なくとも10分の1における鉛直方向の水平度が5mm以内、好ましくは3mm以内であることが必要である。すなわち、該水平度が5mmを越えると、液体原料の単量体混合物の支持ベルト面からの高さが、支持ベルトの走行方向に対して鉛直方向に異なることになり、そのため重合反応により発生する重合熱の発生量が場所によって異なることになる。すなわち、本発明の目的の一つである均一な品質の吸水性樹脂を得ることが難しくなる場合がある。

【0014】ここで、可撓性とは、該支持ベルト2を支持する回転体1a、1bの曲率に対応して変形し得る程度のものをいう。

【0015】この両側端部付近に固着された可撓性側部堰3は、前記のように、可撓性のある材料で作られた堰であれば、いずれも使用でき、該側部堰3の支持ベルト2への固着手段は、例えば接着剤による接着、挿入あるいは挟持による固着等いずれでもよい。また、該側部堰3を構成する材料は、可撓性を有する他に、膨潤係数が10%以下のものが好ましく、特に5%以下のものが好ましい。なお、ここに膨潤係数とは、室温(20℃)の単量体混合物に、少なくとも45cm²の表面積を有する材料片を浸漬し、次式に示すように24時間後の重量変化率をいう。

【0016】

【数1】

$$\text{膨潤係数 (\%)} = \left[\left(24 \text{時間後の重量 (g)} \right) - \left(\text{元の重量 (g)} \right) \right] \times 100 / \left(\text{元の重量 (g)} \right)$$

【0017】例えば、酸性の単量体混合物に好適なこのような材料としては、例えばポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエステル、ポリアミド、フッ素樹脂、ポリ塩化ビニル、エポキシ樹脂、シリコーン樹脂、ポリスチレン、ABS樹脂、ポリウレタン、フェノキシ、ポリカーボネート、ポリメチルメタクリレート、ポリアセタノール、ナイロン、セルロール、フェノール・ホルムアルデヒド樹脂、尿素樹脂、メラミン・ホルムアルデヒド樹脂、フラン樹脂、キシレン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、ジアリルフタレートのような合成樹脂あるいは、天然ゴム、イソプレンゴム、ブタジエンゴム、スチレン・ブタジエンゴム、ブチルゴム、エチレン・プロピレンゴム、エチレン・酢酸ビニル共重合体、クロロプロピレンゴム、クロロスルホン化ポリエチレン、塩素化ポリエチレン、エピクロロヒドリンゴム、ニトリルゴム、ニトリル・イソプレンゴム、アクリルゴム、ウレタンゴム、多硫化ゴム、シリコーンゴム、フッ素ゴムのようなゴム材料、あるいは、ガラス、グラファイト、ブロンズおよびモリブデンジサルファイドのような無機充填剤あるいは、ポリイミドのような有機充填剤で複合体を作り補強した前記合成樹脂を含む。前記物質の中でも、ニトリルゴム、シリコーンゴム、クロロプロピレンゴムのようなゴムやポリエチレンテトラフルオライド、ポリエチレントリフルオライド、ポリエチレントリフルオロクロライド、エチレントetraフルオライドーエチレンコポリマー、プロピレンペンタフルオライドーエチレントetraフルオライドコポリマー、パーフルオロアルキルビニルエーテルーエチレントetraフルオライドコポリマーおよびポリフッ化ビニルのようなフッ素樹脂が好ましい。

【0018】ちなみに、代表的な材料の膨潤係数は、次のとおりである。

【0019】

| | |
|------------|-------|
| 天然ゴム | 0.38% |
| クロロプロピレンゴム | 0.70% |
| シリコーン | 1.92% |
| 発泡シリコーン | 1.04% |

該側部堰3の形状は、例えば断面形状が四角形、三角形、台形、カマボコ形、円形、楕円形、またはこれらの組み合わせが挙げられる。さらには、中空体形、凹溝形等のものがある。該側部堰3の高さは、重合反応に供される単量体混合物層の冷却の効率を考慮すると、10～50mm、好ましくは30～40mmである。すなわち、該側部堰3の高さが10mm未満の場合には、供給される液状原料の高さが必然的にそれ以下となり、このため吸水性樹脂の生産性が低下するからである。一方、50mmを越えると、液状原料の供給量は増やせるが、これ以上増やしても熱伝導率が悪くなり、内部は1種の断熱

重合となり、しかも側部堰の高さが高くなればなるほど側部堰3の材料に必要な可撓性を与えることが困難になるからである。

【0020】また、図3および4にそれぞれ示すように支持ベルト2の表面に中空台形状の側部堰3または中空カマボコ形の側部堰3を、それぞれ接着剤層6を介して固着させたものがある。さらに、図5に示すように支持ベルト2の表面に中実四角形の側部堰3を、接着剤層6を介して固着させたものがある。

【0021】また、図6に示すように、支持ベルト2の両端部をL字状の側部堰3の底部のスリットに挿入して挟持させると、接着剤層を介することなく、堰3を支持ベルト2に固着させることができる。もちろん、この場合において接着剤層を介して固着を高めてもなんら差しつかえない。

【0022】該支持ベルト2は、耐食性ならびに耐久性のある材料で作られたものがいずれも使用できるが、一例を挙げると、例えばステンレス鋼製のシートが挙げられる。

【0023】本発明による吸水性樹脂の製造装置において、前記支持ベルト2の走行方向上流端部付近には、単量体混合物供給装置7が設けられており、該単量体混合物供給装置7より重合により吸水性樹脂となる単量体等の液状の単量体混合物が支持ベルト2の上に供給される。

【0024】該支持ベルト上に供給される単量体混合物は液状であるため、連続製造開始時点において液状の単量体混合物が走行方向下流に流れるのを防止するために、該単量体混合物供給装置より該支持ベルト2の走行方向下流に、開閉自在な仮止用堰8が走行方向に対してほぼ直交する方向に、該支持ベルト2に摺接して設けられている。供給された液状の単量体混合物のゲル化が始まったら、この仮止用堰8を、例えば、油圧シリンダ、エアシリンダ等の流体圧シリンダ9等を用いて上昇させることにより重合系ベルト2上の走行を可能にする。すなわち、単量体混合物の先端がいったんゲル化を開始すれば、このゲル化部分が堰となるので、もはや仮止用堰8は不必要となるだけでなく、これがあると単量体混合物の走向を阻害することになる。

【0025】この仮止用堰8は、例えば図7に示すように、回転軸9に枢着して仮止めを施し、原料のゲル化が始まったら手動により、あるいは機械的手段を用いて、仮止用堰8を回動させて仮止めを解除することができる。また、この仮止用堰8は、該支持ベルト2に接触して、必要により上下動可能なローラ形式（図示せず）のものであってもよい。

【0026】支持ベルト2の下面には、必要により冷却

装置 1 1 および加熱装置 1 2 が取付けられている。加熱装置 1 2 においては、温水あるいはその他の伝熱媒が供給されるかあるいは電熱、遠赤外線等により直接加熱するように構成されている。

【0027】また、冷却装置 1 1 においては、水あるいはその他の冷却媒体が噴出管 1 3 より支持ベルト 2 の下面に向けて噴出するように構成されている。

【0028】該支持ベルト 2 の単量体混合物供給装置付近には、単量体混合物供給装置より走行方向上流に、端部堰 1 4 が該支持ベルト 2 の走行方向に対してほぼ直交して該支持ベルトに摺接するように設けられている。これは液体単量体混合物が走行方向上流に流れ出し、該支持ベルト 2 から溢流するのを防止するためである。

【0029】さらに、端部堰 3 の断面形状は、例えば、図 8 に示すように、下部にフッ素樹脂等の摩擦係数の小さい耐摩耗性のある材料で作られた少なくとも 1 個の帯状摺接部材 3 5 を、ベルト 2 表面に摺接自在に設け、該摺接部材 3 5 は、該摺接部材 3 5 に対応して端部堰本体 1 4 に設けられた少なくとも 1 個の連続した溝 3 9 に嵌挿されており、該摺接部材 3 5 と該端部堰本体 1 4 との間には、前記溝 3 9 内に緩衝部材 3 8 が介在されている。該緩衝部材 3 8 としては、ばね、ゴム弾性材、空気、水、油等の流体を流通させたゴム等の管状体、吸水性樹脂、吸油性等を充填したゴム等の管状体に、水、油等を吸収膨潤させたもの等がある。なお、この場合、該端部堰本体 1 4 内に連続する空洞部（図示せず）を穿設して該空洞部内にブライン、その他の加熱または冷却媒体を流通させてもよい。なお、該摺動部材の材質も、前記側部堰の材質と同様であり、膨潤係数が 10% 以下、特に 5% 以下のものが好ましく、その具体例も、側部堰の場合と同様である。

【0030】本発明において、側部堰 3 の他の実施態様は、図 9～10 に示すように、該支持ベルト 2 に固着させることなくベルト 2 に接して移動する形態である。この形態の側部堰 3 a を配置する範囲は、少なくとも単量体混合物供給装置より走行方向上流から、該供給装置から吸水性樹脂含水ゲル状物排出装置に至る長さの 1/10 に相当する位置までである。もちろん、単量体混合物供給装置から吸水性樹脂含水ゲル状物排出装置に至るまでの全域に側部堰を配置する実施形態を排除する理由は何らないが、均一な品質の吸水性樹脂を製造する目的に限っては、上記の 1/10 に相当する位置までで充分である。ベルトに固着させることなくベルトに接して移動する形態の側部堰は、例えば可動性無端回転支持ベルト 2 と逆方向に回転する回転体 1 c および回転体 1 d に支持された可動性無端回転側部堰 3 a とするが好適である。なお、図 9 および 10 において、図 1 と同一符号は、同一部材を表わす。

【0031】該支持ベルト 2 の上部には、図 1 1 に示すように蓋体 1 8 が設けられ、支持ベルト 2 の上面の反応

域全体を窒素等の不活性ガスでシールするように構成されていてもよい。

【0032】該支持ベルト 2 の走行方向の先端部の回転体 1 b の先には、吸水性樹脂含水ゲル状物排出装置が配設されている。該排出装置は、例えば生成した吸水性樹脂含水ゲル状物を排出させるための掻取手段 1 5 および必要により破細手段 1 6 が設けられており、掻取られた吸水性樹脂含水ゲル状物は破細されたのち、ホッパー 1 7 等により回収される。

【0033】図 1 2 は、本発明による吸水性樹脂の製造装置の他の実施の形態を示すものである。すなわち、同図に示すように、モータ等のような動力源に、必要により変速機等（いずれも図示せず）を介して連結された一端の回転体 2 1 a と、他端に設けられた他の回転体 2 1 b と、該回転体 2 1 a と 2 1 b の間に張設された可動性無端回転支持ベルト 2 2 と、該支持ベルト 2 2 の両側部付近に該支持ベルトの走行方向に沿って全周に亘って固着された可撓性堰 2 3 とよりなるものであり、該ベルト 2 2 は、回転体 2 1 a と回転体 2 5 a の作用により、単量体混合物供給装置付近では、該支持ベルト 2 2 の走行方向下流に向けて下りの傾斜を形成している。このため、液状の単量体混合物が単量体混合物供給装置 2 7 より供給された場合、単量体混合物供給装置付近において、未だ液状の単量体混合物が走行方向上流に流れ出しベルト 2 2 から溢流する心配はない。

【0034】なお、図 1 2 において、図 1 の符号において 2 0 をプラスした符号は、図 1 と同一の部材を表わす。

【0035】本発明による装置により重合される液状としては、吸水性樹脂を生成するものであれば、いずれも使用できるが、一例を挙げると、例えばアクリル酸とアクリル酸ナトリウムのようなアクリル酸塩との混合物に少量の架橋剤および重合開始剤を配合したもの等がある。

【0036】つぎに、本発明による製造装置により吸水性樹脂を製造する方法の例を説明する。

【0037】まず、図 1～8 に示すように、仮止用堰 8 を閉じたのち、単量体混合物供給装置 7 より液状単量体混合物を支持ベルト 2 上に流下させると、該液状単量体混合物は仮止用堰 8 で止まる。

【0038】この液状単量体混合物は、いったん重合が開始すると発熱反応であるので、その反応熱を冷却装置 1 1 の作用により冷却する必要がある。冷却方法としては、例えば噴出管 1 3 より水を支持ベルト 2 の裏面に噴出させることにより下部より冷却する。この場合、原料層の厚みが薄いので例えば 50 mm 以下、好ましくは 20～50 mm、より好ましくは 30～40 mm であるので、熱伝導率がよく、攪拌することなく均一に冷却することができる。さらに必要があれば、加熱装置 1 2 により加熱して重合を完結させる。ついで、重合を終了して

生成した吸水性樹脂は、掻取装置15により該装置から掻取られ、破細機16で破細したのち、ホッパー17で回収される。

【0039】また、図11および図12に示す製造装置の場合も、全く同様である。

【0040】

【実施例】つぎに、実施例を挙げて本発明による吸水性樹脂の製造装置について、さらに詳細に説明する。

【0041】実施例中で「部」とは特にことわりがない限り「重量部」を表すものとする。

【0042】[吸収倍率] 吸水性樹脂A (g) (約0.2 g) を不織布製の袋 (60 mm×60 mm) に均一に入れ、人工尿 (硫酸ナトリウム0.200%、塩化カリ

$$\text{吸水倍率 (g/g)} = (W (g) - B (g) - A (g)) / A (g)$$

【0044】[可溶分] 吸水性樹脂C (g) (約0.5 g) を1000 gの脱イオン水中に分散し、16時間攪拌した後、濾紙で濾過した。次に、得られた濾液50 gを100 mlビーカーにとり、該濾液に0.1 N-水酸化ナトリウム水溶液1 ml、N/200-メチルグリコールキトサン水溶液10 ml、および0.1%トルイジンブルー水溶液4滴を加えた。次いで、上記ビーカーの溶液を、N/400ポリビニル硫酸カリウム水溶液を用いてコロイド滴定し、溶液の色が青色から赤紫色に変化

$$\text{可溶分 (重量\%)} = (E (ml) - D (ml)) \times 0.005 / C (g) \times F$$

【0046】[残存単量体] 脱イオン水1000 gに吸水性樹脂0.5 gを加え、攪拌下で2時間抽出した後、膨潤ゲル化した吸水性樹脂を濾紙を用いて濾別し、濾液中の残存単量体を液体クロマトグラフィーで分析した。一方、既知濃度の単量体標準溶液を同様に分析して得た検量線を外部標準とし、濾液の希釈倍率を考慮して、吸水性樹脂中の残存単量体量を求めた。

【0047】実施例

図1～3に示す装置を用いて、アクリル酸10.70部、37%アクリル酸ナトリウム水溶液70.07部、ポリエチレングリコールジアクリレート (平均分子量478) 0.08部、および脱イオン水19.15部からなる水溶液を調製し、窒素ガスを導入し脱気した。上記水溶液1156 g/分と窒素ガスを導入し脱気し脱気した0.982%V-50 (和光純薬工業製アゾ系重合開始剤) 水溶液10 g/分、0.982%過硫酸ナトリウム水溶液10 g/分、および0.088%L-アスコルビン酸水溶液10 g/分をラインミキシングした後、さらに窒素ガスを導入し脱気した0.0707%過酸化水素水を10 g/分でラインミキシングし、窒素気流雰囲気下の可動式ベルト重合機に供給した。単量体濃度は35重量%、水溶液の厚みは25 mmであった。可動式ベルトは140 mm/分で駆動させた。1分後に重合が開始し、反応系温度は20℃であった。重合系は攪拌されることなく、ベルト面の温度を10℃にして冷却され

ウム0.200%、塩化マグネシウム6水和物0.050%、塩化カルシウム2水和物0.025%、リン酸2水素アンモニウム0.085%、リン酸水素2アンモニウム0.0015%、脱イオン水99.425%) 中に浸漬した。60分後に袋を引き上げ、遠心分離機を用いて250 Gにて3分間水切りを行なった後、袋の重量W (g) を測定した。同様の操作を吸水性樹脂を用いずに行ない、そのときの袋の重量B (g) を測定した。そして、得られた重量から次式にしたがって、吸水性樹脂の

10 吸収倍率を算出した。

【0043】

【数2】

した時点を滴定の終点として滴定量D (ml) を求めた。また、濾液50 gに代えて脱イオン水50 gを用いて同様の操作を行ない、ブランクとして滴定量E (ml) を求めた。そして、これら滴定量と吸水性樹脂を構成する単量体の平均分子量Fとから、次式にしたがって可溶分 (重量%) 量を算出した。

20 【0045】

【数3】

た。7分後に重合系は最高到達温度の86℃を示した。この後、ベルト面の温度を60℃にして含水ゲル状重合体を得た。この含水ゲル状重合体の厚さは25 mmであった。この含水ゲル状重合体をミートチョッパーで解砕し、160℃、65分間熱風乾燥機で乾燥した。得られた乾燥物を粉碎し、吸水性樹脂(1)を得た。

【0048】吸水性樹脂(1)は、吸収倍率65倍、可溶分12%および残存単量体480 ppmであった。

【0049】

【発明の効果】従来ベルト上で単量体混合物を重合し重合物を得る方法は知られていたが、低粘度の単量体混合物を、効率よく、しかも安定して優れた性能を有する重合物とする方法は、本願によって初めて達成された。従来は、低粘度の単量体混合物をベルト上で重合する際に、単量体混合物がベルトからこぼれないように供給する必要があった。即ち、単量体混合物の厚みを薄く (例えば10 mm以下) 供給していた。しかしながら、これでは生産性が低い。単量体混合物を厚く供給できるようにするために、ベルト自体を凹状に変形させ、該凹部に単量体を供給する方法 (特開昭62-156102号公報) や、ベルト両端部付近に堰を設ける方法が考案された。凹状ベルトを用いる方法は、ベルトの材質が制限されるばかりか、ベルトに載った単量体の厚みがベルト走行方向に鉛直な方向で異なり、重合熱のコントロールを均一にする事ができず、結果として均一な性能の重合物

11

を得る事ができなかった。これに対して、本願の装置では、水平方向での水平度はもちろんのこと、鉛直方向での水平度が極めて高いので、ベルト面積当たり多くの単量体を載せても、均一な品質の吸水性樹脂の製造が可能となり、結果的に吸水倍率が大きく、可溶分の少ない吸水性樹脂を得ることができる。しかも、吸収倍率が大きく、可溶分の少ない、均一な品質の吸水性樹脂を製造する事ができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明による吸水性樹脂の製造装置の一実施態様を示す概略図である。

【図 2】 本発明の装置の主要部を示す斜視図である。

【図 3】 本発明の装置における側部堰の一例を示す断面図である。

【図 4】 本発明の装置における側部堰の他の例を示す断面図である。

【図 5】 本発明の装置における側部堰のさらに他の例を示す断面図である。

【図 6】 本発明の装置における側部堰のさらに別の例を示す断面図である。

【図 7】 本発明の装置における仮止用堰の一例を示す断面図である。

12

【図 8】 本発明の装置における端部堰の一例を示す断面図である。

【図 9】 本発明の装置の他の実施態様を示す主要部の斜視図である。

【図 10】 本発明による吸水性樹脂の製造装置の他の実施態様を示す概略図である。

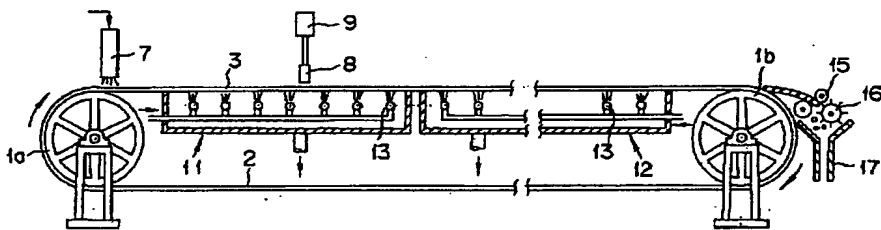
【図 11】 本発明による吸水性樹脂の製造装置のさらに他の実施態様を示す概略図である。

【図 12】 本発明による吸水性樹脂の製造装置のさらに他の実施態様を示す概略図である。

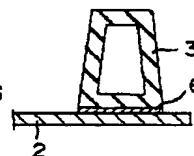
【符号の説明】

1 a, 1 b, 1 c, 1 d, 2 1 a, 2 1 b…回転体、
2, 2 2…可動性無端回転ベルト、
3, 3 a, 2 3…側部堰、
7, 2 7…単量体混合物供給装置、
8, 2 8…仮止用堰、
9…仮止用堰の回転軸、
1 1, 3 1…加熱装置、
1 2, 3 2…冷却装置、
1 4…端部堰、
1 8, 3 8…蓋体。

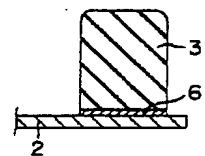
【図 1】



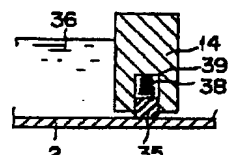
【図 3】



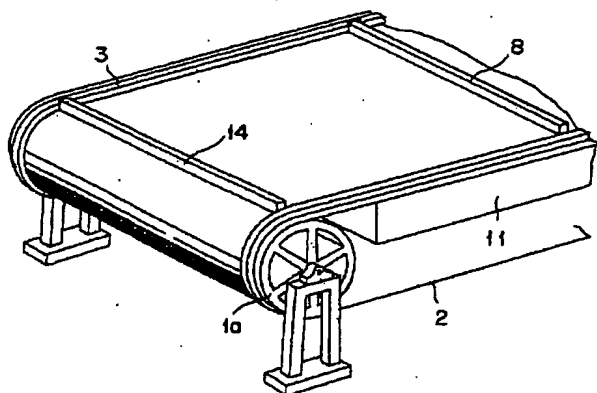
【図 5】



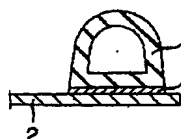
【図 8】



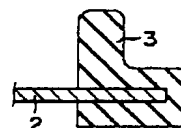
【図 2】



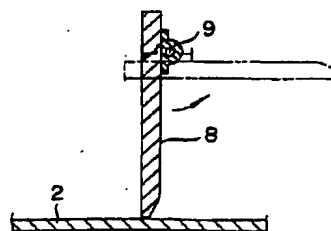
【図 4】



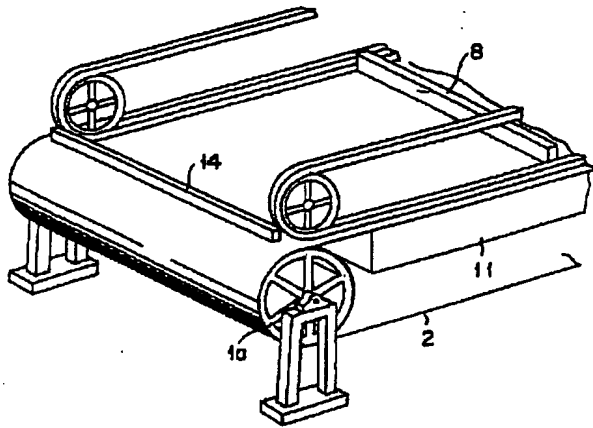
【図 6】



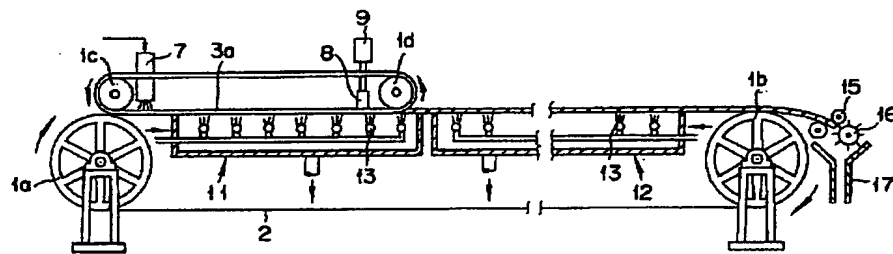
【図 7】



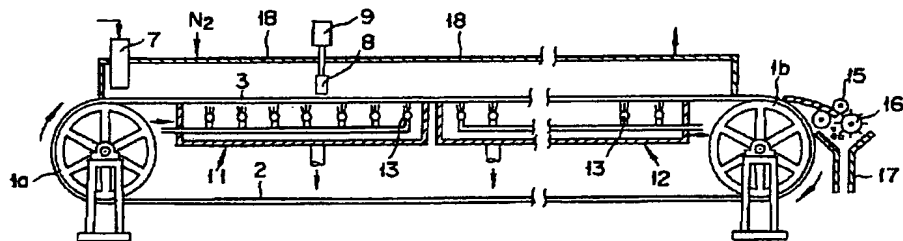
【図 9】



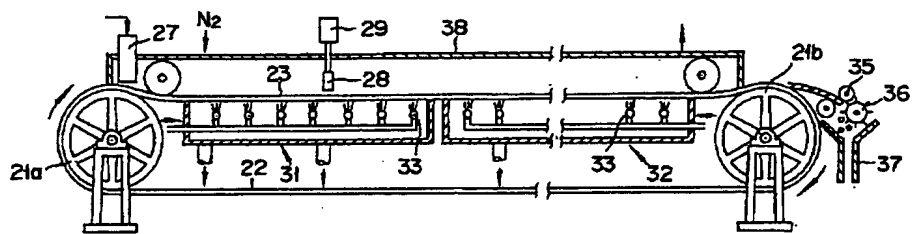
【図 10】



【図 11】



【図 12】



フロントページの続き

(72) 発明者 三宅 浩司

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒内

(72) 発明者 梶川 勝弘

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒内

